

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-231942

(43)Date of publication of application : 10.09.1996

(51)Int.Cl.

C09K 3/00  
C10M115/08  
C10M177/00  
C11B 15/00  
// C10N 30:02  
C10N 50:10

(21)Application number : 07-062153

(71)Applicant : NISSHIN OIL MILLS LTD:THE

(22)Date of filing : 24.02.1995

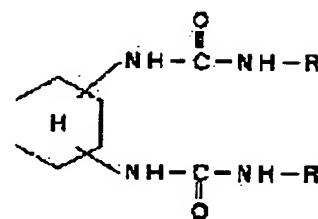
(72)Inventor : SHIRAI HIROYOSHI  
HANABUSA KENJI  
HIROSE TADASHIRO  
KASHIWADA HIROTAKA  
MURATA TAKASHI

## (54) GELLING OR SOLIDIFYING AGENT FOR ORGANIC LIQUID

## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a uniform and excellent solidifying agent useful for various organic liquids by addition of a small amount, having excellent stability to long-term preservation and change in temperature, comprising a prescribed dialkylurea derivative as an active ingredient.

**CONSTITUTION:** This solidifying agent comprises a dialkylurea of the formula (R is a 2-18C saturated alkyl) as an active ingredient obtained by subjecting (A) a diaminocyclohexane, preferably 1,2-diaminocyclohexane and (B) a 2-18C saturated alkyl group-containing alkyl isocyanate (e.g. dodecyl isocyanate) to addition reaction, for example, at a room temperature or under cooling with ice for 1-5 hours. The organic liquid is preferably an animal or vegetable oil, an ester, a polyol, an ether, an alcohol or a hydrocarbon-based oil agent.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 21.12.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-231942

(43)公開日 平成8年(1996)9月10日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 3/00	1 0 3		C 0 9 K 3/00	1 0 3 M
C 1 0 M 115/08			C 1 0 M 115/08	
177/00			177/00	
C 1 1 B 15/00			C 1 1 B 15/00	
// C 1 0 N 30:02				

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 4 頁) 最終頁に続く

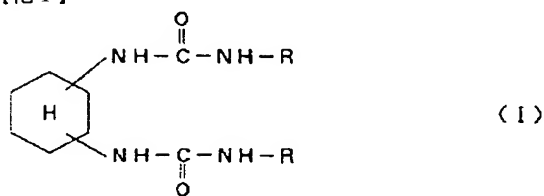
(21)出願番号	特願平7-62153	(71)出願人	000227009 日清製油株式会社 東京都中央区新川1丁目23番1号
(22)出願日	平成7年(1995)2月24日	(72)発明者	白井 汪芳 長野県小県郡丸子町長瀬2496
		(72)発明者	英 謙二 長野県上田市踏入2-16-25
		(72)発明者	広瀬 忠城 神奈川県横浜市磯子区森6-27-9
		(72)発明者	柏田 野香 神奈川県瀬谷区南瀬谷2-9-9
		(72)発明者	村田 崇 神奈川県横浜市神奈川区中丸1

(54)【発明の名称】 有機液体のゲル化または固化剤

(57)【要約】

【構成】 下記一般式 (1)

【化1】



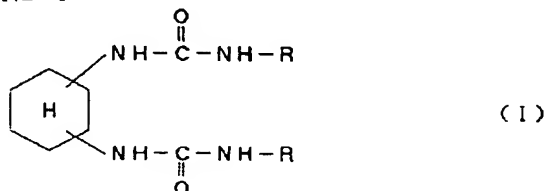
(式中、Rは炭素数2～18の飽和直鎖状および／または飽和分岐状アルキル基を表わす。)で示されるジアルキルウレア誘導体を有効成分とする有機液体のゲル化または固化剤。

【効果】 本発明によれば、動植物油、エステル、ポリオール、エーテル、アルコール、炭化水素系油剤、廃食用油、廃潤滑油、廃金属加工油剤等の有機液体に対し、少量の添加で、均一で良好なゲル化物または固化物を形成するゲル化または固化剤を提供できる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ジアミノシクロヘキサンと、炭素数が2～18で飽和の直鎖状および／または分岐状アルキル基を有するアルキルイソシアネートとを反応させて得られる、下記一般式(1)

## 【化1】



(式(1)中、Rは炭素数2～18の飽和直鎖状および／または飽和分岐状アルキル基を表わす。)で示されるジアルキルウレア誘導体を有効成分とする有機液体のゲル化または固化剤。

【請求項2】 ジアミノシクロヘキサンが1, 2-ジアミノシクロヘキサンである請求項1に記載のゲル化または固化剤。

【請求項3】 有機液体が動植物油、エステル、ポリオール、エーテル、アルコール、炭化水素系油剤から選ばれるものである請求項1に記載のゲル化または固化剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は有機液体のゲル化または固化剤に係わり、塗料、インク、潤滑油、農業、水産、化粧品や医薬品、繊維、樹脂、高分子、ゴム、金属等の加工分野等において利用できる。

## 【0002】

【従来の技術】一般に前記産業分野において使用される有機液体類(動植物油脂、エステル、ポリオール、エーテル、アルコール、炭化水素等)をゲル化または固化する機能を有するものとして、1,2-ヒドロキシステアリン酸、ジベンジリデンソルビトール、脂肪酸のアルカリ金属塩およびアルカリ土類金属塩、アミノ酸誘導体(例えば、N-アシルグルタミン酸誘導体)等が知られている。

【0003】この中で、1,2-ヒドロキシステアリン酸は安価であるが、ゲル化または固化できる有機液体の種類が少なく、得られたゲルが軟化する温度も低い。一方、ジベンジリデンソルビトールは少量の添加で強いゲルを形成するものの、ベンズアルデヒドを遊離するという難点をもち、また、高融点であるため低沸点の短鎖アルコール類等を固化するには不適當である。脂肪酸のアルカリ金属塩・アルカリ土類金属塩は、ゲル化または固化のための添加量を多く必要とし、使用可能な条件も限られる等の制約がある。また、N-アシルグルタミン酸誘導体等のアミノ酸誘導体は、製造方法が複雑であり、基本骨格もアミノ酸に限定されているため、化粧品分野などに利用する場合には、アミノ酸に由来する皮膚

への刺激性の懸念も依然としてある。

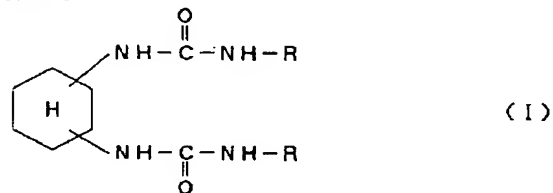
## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】このように、これまで提案されているゲル化または固化剤は、前記いずれかの点で十分に満足できる機能を有するものではなかった。本発明の目的は、容易に製造することが可能であり、種々の有機液体を少量の添加でゲル化または固化でき、均一で、かつ長期間の保存および温度変化に対して安定性が高いゲル化物または固化物となすことができる、有機液体のゲル化または固化剤を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意検討を重ねた結果、特定のジアルキルウレア誘導体を用いることにより種々の有機液体に対して優れたゲル状固化物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち本発明は、ジアミノシクロヘキサンと、炭素数が2～18で飽和の直鎖状および／または分岐状アルキル基を有するアルキルイソシアネートとを反応させて得られる、下記一般式(1)

## 【化2】



(式(1)中、Rは炭素数2～18の飽和直鎖状および／または飽和分岐状アルキル基を表わす。)で示されるジアルキルウレア誘導体を有効成分とする有機液体のゲル化または固化剤である。

【0006】本発明のジアルキルウレア誘導体を製造するための原料成分としては、ジアミノシクロヘキサンおよびアルキルイソシアネートを用いる。ジアミノシクロヘキサンは、具体的には、1, 2-ジアミノシクロヘキサン、1, 3-ジアミノシクロヘキサンおよび1, 4-ジアミノシクロヘキサンをあげることができ、このうち特に好ましいのは、1, 2-ジアミノシクロヘキサンである。なおこれらのジアミノシクロヘキサンは単独で使用してもよく、あるいは2種以上を混合して用いてもよい。

【0007】また、もう一方の原料であるアルキルイソシアネートは、炭素数が2～18で、飽和の、直鎖状および／または分岐状アルキル基を有するものが使用可能である。具体的に直鎖状アルキル基として、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基を例としてあげることができる。また分岐状アルキル基として2-エチルブチル基、2-エチルヘキシ

3

ル基、2, 4, 4-トリメチルペンチル基、3, 5, 5-トリメチルヘキシル基、3, 7-ジメチルオクチル基、6-プロピルノニル基、12-メチルトリデシル基、2-メチルテトラデシル基、5-メチルテトラデシル基、2, 2-ジメチルテトラデシル基、2-ヘキシルデシル基、2-ヘプチルウンデシル基等を例示できる。これらの直鎖状アルキル基または分岐状アルキル基をもつアルキルイソシアネートは単独で使用してもよく、あるいは2種以上を混合して用いてもよい。

【0008】本発明のジアルキルウレア誘導体は、前記のジアミノシクロヘキサンと、飽和の直鎖状および／または分岐状アルキル基を有するアルキルイソシアネートの1種または2種以上とを原料とし、従来公知の方法を用いて容易に合成することができる。その方法や条件は特に限定されないが、例えば両原料の所定の反応当量を、不活性な無水有機溶媒中で、室温ないし氷冷下にて1～5時間攪拌し、付加反応せしめればよい。本発明において使用するアルキルウレア誘導体は、好ましくはジアルキルウレア誘導体あるいはジアルキルウレア誘導体とモノアルキルウレア誘導体との混合物であり、最も好ましくはジアルキルウレア誘導体である。

【0009】なお、反応物中に未反応の原料が残存する場合には減圧留去、溶剤分別等の公知手段で除去しておくことが望ましいが、若干(数重量%未満)の未反応のジアミノシクロヘキサンおよび／またはアルキルイソシアネートの混在については特にさしつかえない。反応物の精製は、減圧下での未反応物等の除去、アセトン等の多量の有機溶媒による再結晶、活性白土、活性炭、シリカゲル、アルミナ等の吸着剤処理、その他による精製法が可能であり、必要に応じてこれらを単独でもしくは組み合わせて適用すればよい。

【0010】本発明では、こうして得られるジアルキルウレア誘導体を各種有機液体のゲル化または固化剤とすることができ、そのゲル化物または固化物を塗料、インク、潤滑油、化粧品、医薬品、農業分野の基剤もしくは製剤とすることができる。ここで有機液体としては、大豆油、菜種油、コーン油、サフラワー油、ヒマワリ油、綿実油、オリーブ油、パーム油、ヒマシ油、魚油、豚脂、牛脂等の動植物油脂類、ミリスチン酸イソプロピル、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリド、ミリスチン酸2-オクチルドデシル等のエステル類、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリグリセリン等のポリオール類、エチルセロソルブ、ブチルセロソルブ等のエーテル類、メタノール、エタノール等のアルコール類、灯油、重油、流動パラフィン、イソパラフィン等の炭化水素系油剤、また、キシレン、トルエン等の有機溶剤や廃食用油、廃潤滑油、廃金属加工油剤等のいわゆる廃油類を対象とすることができる。

【0011】本発明のゲル化または固化剤を前記有機液体1mlに対し、1～50mg、好ましくは2～20mg添加

4

し、所望により60～120℃程度に加熱して均一状態になるまで攪拌した後、常温にて静置すれば、ゲル化物または固化物を調製することができる。このものは均一なゲル化物または固化物であり、常温で液体部分を生じることなく、また、長期間の保存においても液体部分の発生はない。なお本発明のゲル化または固化剤は単独でも使用できるが、本発明の目的を逸脱しないかぎり、従来公知のゲル化剤、天然ワックスまたは合成ワックス等の固化剤等を適量併用してもよい。

10 【0012】

【実施例】以下の合成例および実施例において、%は重量基準である。

#### 合成例1

攪拌機、温度計、窒素ガス吹込管及び水分離器を取付けた四ツロフラスコ中で、1, 2-ジアミノシクロヘキサン(東京化成(株)製、試薬)2.28g(0.02モル)を40mlの脱水テトラヒドロフランに溶かし、氷冷下でドデシルイソシアネート(東京化成(株)製、試薬)8.45g(0.04モル)を滴下した。室温で2時間攪拌した後、40mlの脱水テトラヒドロフランを追加して一旦60℃に加熱し、続いて室温まで放冷した。このとき生成したゲルを50mlのアセトンを加えてよく砕き、不溶物を吸引濾取し、アセトンでよく洗って、室温で乾燥した。7.70gの白色固体物(試料記号A)を得た。このものはジアルキルウレア誘導体:98重量%およびモノアルキルウレア誘導体:2重量%からなっていた。

20 【0013】合成例2

攪拌機、温度計、窒素ガス吹込管及び水分離器を取付けた四ツロフラスコ中で、1, 3-ジアミノシクロヘキサン(東京化成(株)製、試薬)2.28g(0.02モル)を40mlの脱水テトラヒドロフランに溶かし、氷冷下でドデシルイソシアネート(合成例1と同じ)8.45g(0.04モル)を滴下した。室温で2時間攪拌した後、40mlの脱水テトラヒドロフランを追加して一旦60℃に加熱し、続いて室温まで放冷した。このとき生成したゲルを50mlのアセトンを加えてよく砕き、不溶物を吸引濾取し、アセトンでよく洗って室温で乾燥した。7.70gの白色固体物(試料記号B)を得た。このものはジアルキルウレア誘導体:99重量%およびモノアルキルウレア誘導体:1重量%からなっていた。

40 【0014】合成例3

1, 2-ジアミノシクロヘキサンと種々のアルキルイソシアネートとを用いて、合成例1に記載の方法に準じて、本発明に係るジアルキルウレア誘導体(試料記号C～G)、ジアルキルウレア誘導体/モノアルキルウレア誘導体=2/1(重量比)の混合物(試料記号H)を合成した。

50 【0015】実施例1

試料記号A～Hおよび対照としての1,2-ヒドロキシス

テアリン酸、ステアリン酸ナトリウムの、代表的な有機液体に対するゲル化または固化能を試験した。各種有機液体に本発明に係るゲル化または固化剤等を3重量%添加したものを試験管に入れ、約60℃以上に加熱後、常温(25℃)にて静置冷却したときの状態を観察し、このときの内容物の流動性の有無、また流動性のないものについてはゲル化物の固さを調べた。得られた結果を第1表に示す。本発明のジアルキルウレア誘導体を主成分とするものを添加した有機液体は、従来のゲル化剤やワックスに比べ少量の添加であるにもかかわらず、均一で滑らかなゲル化物を形成することが明らかになった。ま

\*た調製したゲル化物を1ヵ月間にわたり毎日10~30℃の温度幅で変化させ、その状態を調べたところ、本発明に係るものはすべて調製当初の状態を維持しており、長期間の温度変化に対して安定性に優れていることを確認した。なお、評価は4段階評価(◎・・・流動性なし：ゲル化物は均一で固い、○・・・流動性なし：ゲル化物は均一で軟らかい、△・・・流動性ややあり、×・・・不均一混合物または均一だが流動性あり)で行った。

【0016】

【表1】

第1表 ジアルキルウレア誘導体のゲル化または固化能の評価

	ゲル化または固化剤		有機液体				
	試料 記号	原料とした アルキルイソシアネート	大豆油	流動 パラフィン	エチル アルコール	トリエ ン	ニトロ ベンゼン
本 発 明	A	ドデシルイソシアネート	◎	◎	◎	◎	◎
	B	ドデシルイソシアネート	◎	◎	○	○	◎
	C	エチルイソシアネート	○	○	○	○	◎
	D	ブチルイソシアネート	◎	◎	○	◎	◎
	E	オクタデシルイソシアネート	◎	◎	◎	◎	◎
	F	ヘキサデシル(7/7)-2-エチルヘキシル (7/7)-1/1	◎	◎	◎	◎	◎
	G	2-エチルヘキシル(7/7)-1/1	◎	◎	○	◎	◎
	H	ドデシルイソシアネート	◎	◎	◎	◎	◎
対 照	12-ヒドロキシステアリン酸		△	△	×	×	×
	ステアリン酸ナトリウム		×	×	×	×	×
	カルナウバワックス		×	×	×	×	×

【0017】

【発明の効果】本発明によれば、前記一般式(I)で示されるジアルキルウレア誘導体を比較的簡便に製造することができ、これを有効成分として、動植物油脂、エステル、ポリオール、エーテル、アルコール、炭化水素系

油剤等の幅広い有機液体に対し、あるいは廃食用油、廃潤滑油、廃金属加工油剤等に対して、少量の添加で、均一で良好な、長期保存および温度変化に対して安定性に優れたゲル化物または固化物を調製し得る。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C I O N 50:10